

Japanese Patent Laid-Open S50-75208

Laid-Open : June 20, 1975

Application No. : S48-124357

Filed : November 7, 1973

Title : Method for metalizing aluminum nitride  
sintered body

Inventor : MASUDA, Isao.

Applicant : NGK Spark Plug Co., Ltd.

A method for metalizing an aluminum nitride sintered body characterized in that the metalizing is carried out while a surface of aluminum nitride is oxidized.

BEST AVAILABLE COPY

⑬ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 50-75208

⑬公開日 昭50.(1975) 6.20

⑭特願昭 48-124357

⑮出願日 昭48.(1973) 11. 7

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号

2/2/41

⑯日本分類

20B/D13

⑰Int.Cl<sup>2</sup>

C04B 41/14



特 許 願 (特許法第38条ただし書の規定による特許出願)

昭和 50 年 11 月 7 日

特許庁長官 宮 澤 英 雄 殿

1. 発明の名称

アルミニウム焼結体のメタライズ法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の要旨

3. 発明者

愛知県小牧市大字三ツ岡488番地  
増 岡 隆 夫

4. 特許出願人

愛知県名古屋市中区錦区高辻町14番1号  
(484) 日本特殊陶業株式会社  
代表者 水 野 智 彦

5. 代理人

所 東京部千代田区豊が岡3丁目2番4号  
郵便番号 100  
豊山ビルディング7階 電話 (581) 2241番 (代電)  
(5925) 氏 名 弁護士 杉 村 晴 秀  
(ほか1名) 印



### 要 旨

1. 発明の名称 アルミニウム焼結体のメタライズ法

2. 特許請求の範囲

2. アルミニウム焼結体の表面をメタライズするに当り、酸化アルミニウム表面を酸化させながら行うことを特徴とする酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

3. メタライズペースト中に酸化物を炭素の供給源として配合する特許請求の範囲/記載の酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

4. 焼つた中性もしくは還元雰囲気中で酸化アルミニウムの表面を酸化させる特許請求の範囲/記載の酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

5. 発明の詳細な説明

本発明は、絶縁用基体部品などの使用に供される酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法に関するものである。

従来、絶縁用基体部品たとえば半導体用基板、

IC基板、各種絶縁部品などには、一般的にアルミナ基板が用いられている。

しかるに、各種工業技術の発展に伴つてこの絶縁基体部品材料に要求される性能はますます過酷になり、上述した酸化物系のもののみならず酸化物系が注目され始めた。

酸化物系のうち、とくに酸化アルミニウム(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)については、その熱伝導率がアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の約1/4倍であること、熱膨張率がアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の約半分と小さいこと、強度がアルミナ、ペリリヤと大差ないことなどの特性を有することから、絶縁用基体部品材料としても有用である。

ところが、上記酸化アルミニウム焼結体の表面には、従来主としてアルミナ被膜について適用されたいわゆるセリブデン-マンガン法(Mo-Mn法)によるメタライズは行われ得ない。

本発明は、酸化アルミニウム焼結体の表面に被膜なメタライズ層を形成することについての開発成果に基づいて新規に提案するものである。

特開 昭50-75208(2)

本発明は、酸化アルミニウム焼結体の表面をメタライズするに当り、酸化アルミニウム表面を酸化させながら行う酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法に係る。

すなわち本発明は、酸化アルミニウム焼結体表面をメタライズ工程中において酸化させながら、その表面領域におたつて酸化アルミニウムを分布生成し、この酸化アルミニウムとメタライズペースト中のマンガンをしくはチタニウム粉末とによるスピネル構造または、酸化アルミニウムとメタライズペーストとに加えた酸化物成分との相互拡散流動による反応層により、モリブデンまたはタングステンの金属層を表面に形成させるものである。

酸化アルミニウム焼結体の表面酸化は、メタライズペースト成分として酸化物とくに $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、および $\text{Ta}_2\text{O}_5$ から選ばれる一種以上の粉末を、モリブデンもしくはタングステンの第1成分粉末、またはさらにマンガンをしくはチタニウムの第2成分粉末とともに配合するか、

あるいはA+Bの二成分系とする。

三成分系のときはB+O成分を、二成分系のときはO成分をそれぞれ金粉末成分中に1〜40重量を含むメタライズペースト組成とするのがよく、上記A、B、O各成分をおのづかの所定量ずつ秤量し、ボールミルを用いて混合分散する。さらにエタセルローズ、ユトロセルローズの如きバインダーを添加して次工程の塗付け方法に応じた粘度にメタライズペーストを調整する。

一方、酸化アルミニウム焼結体は、その表面に付着している油類その他の汚れを取り除くため、脱脂処理および洗浄を行なつてメタライズ焼成に備える。

上述した準備を経て酸化アルミニウム焼結体の表面にメタライズペーストを塗付け、乾燥したのち、非酸化性雰囲気中にて所定の温度で、メタライズ焼成をおこなう。

メタライズ焼成過程における反応機構は、メタライズペーストがA+B+Oの三成分系の場合には、O成分が酸化アルミニウム焼結体の表面をわ

あるいは、焼成雰囲気としての水素中に水素気を含むさせるかの何れかがとくに有利に適用できる。

次に本発明の第一実施例を、酸素の供給源としてメタライズペースト中に酸化物を配合した場合について説明する。

本実施例において使用するメタライズペーストの組成を第1表に示す。

第1表

A成分	$\text{MnO}$ , $\text{W}$
B成分	$\text{Mn}$ , $\text{Ti}$
O成分	$\text{SiO}_2$ , $\text{Y}_2\text{O}_3$ , $\text{La}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{Ta}_2\text{O}_5$

本実施例では、上表に示すO成分すなわち酸化物をメタライズペースト中に混合する。これら各酸化物は、何れも酸化アルミニウム( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )と非常に反応・拡散しやすい成分である点において同効物であり、それらの何れか一種または二種以上を任意に用いることができる。

上表に示す各成分をもとに、メタライズペーストの組成を必要に応じてA+B+Oの三成分系あ

ずかではあるが酸化してアルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )層を形成する。このアルミナがB成分中のマンガンをしくはチタニウムと結合して $\text{MnO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ または $\text{TiO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ なるスピネル型構造をもつスラグとなり、表面にはモリブデンまたはタングステンの金属層が形成される。

また、メタライズペーストがA+Oの二成分系の場合には、添加したO成分によつて酸化アルミニウム焼結体の表面をわずかではあるが酸化してアルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )層を形成し、このアルミナとO成分とが相互に拡散流動しあつて反応層を生じ、表面にはモリブデンまたはタングステンの金属層が形成される。

上述したメタライズ焼成後は、従来のアルミナベリリウム焼結体などの場合と同様に慣用されている $\text{H}_2$ メツキ→ $\text{H}_2$ シンター→ろう付け→ $\text{Au}$ メツキなどの工程を経て、たとえばIC基板の如き絶縁用基体部品に仕上げる。

上記実施例のうち、三成分系のメタライズペーストを使用した場合の実験結果について説明する。

実験に供した三種のメタライズペースト組成物の成分を第2表に示す。

第2表

	①	②	③
$X_0$	80	90	88
$M_2$	10	5	10
$S_{10}$	10	5	5
接着強度 (kg)	3.8	3.0	3.8

第2表に示すメタライズ組成物と、バインダーであるエチルセルローズその他アセトン、ブチルカービドルなどを第3表に示す割合にボールミル内で混合した後、アセトンを揮発させてメタライズペーストを得る。

第3表

組 成	重 量 部
メタライズペースト組成物	100
エチルセルローズ	5
アセトン	45
ブチルカービドル	30

イズペーストを調製し、これをあらかじめ脱脂処理、湯洗などをおこなつて表面を清浄にした酸化アルミニウム焼結体に塗り付けた後乾燥し、所定温度の湿つた水素雰囲気中でメタライズ焼成をおこなう。ここで雰囲気中の湿分によつて酸化アルミニウム焼結体の表面に酸化物であるアルミナが形成され、このアルミナがB成分中のマンガンを結合して $MnO \cdot \Delta 1/2 O_2$ なるスピネル型構造をもつスラダとなり、表面にはモリブデン金属層が形成される。

上述した第二実施例について実験した結果を第2図に示す。第2図は、メタライズ焼成をおこなつた水素雰囲気中の露点と接着強度との関係を示したグラフであり、メタライズ焼成は $1300^\circ C$ で30分間保持した。

メタライズ焼成完了後の酸化アルミニウム焼結体と金属層との接着強度の測定は、第一実施例の場合と同様におこなつた。

第2図から、水素雰囲気中の露点が $+3^\circ C$ 以上でやはり実用に耐える良好な接着強度の得られ

特開 昭50-75208(3)

上記のメタライズペーストを酸化アルミニウム焼結体の表面に、スクリーン印刷法を用いて印刷した後、非酸化性雰囲気にて $1200 \sim 1400^\circ C$ で焼成してその表面にモリブデン金属化層を形成させた。

ここに形成されたモリブデン金属層と酸化アルミニウム焼結体との接着強度を調べた。

接着強度の測定は、第1図aに示すように、メタライズされた酸化アルミニウム焼結体1にコパール(Kovar)2をろう付け(ろう付け面積は $10 \times 10$ mm)し、第1図bに示すようにコパール2の自由端をろう付け面に対して直角に引張り、ピーリング強度とその剥離面の状態で接着性の良否を判定した。この結果を前記第2表(接着強度の欄)に示す。この数値は実際の使用に充分耐えうるものである。

つぎに、本発明の第二実施例を、焼成雰囲気として湿つた水素を使用した場合について説明する。

すなわち、第一実施例の第1表に示すA成分、B成分およびその他バインダー等からなるメタラ

ることがわかる。

上述したように本発明によれば、酸化アルミニウム焼結体の表面にメタライズを行うことをはじめで可能ならしめ、実用に耐える強い接着力をもつたメタライズ層を形成させることができる。

#### 4 図面の簡単な説明

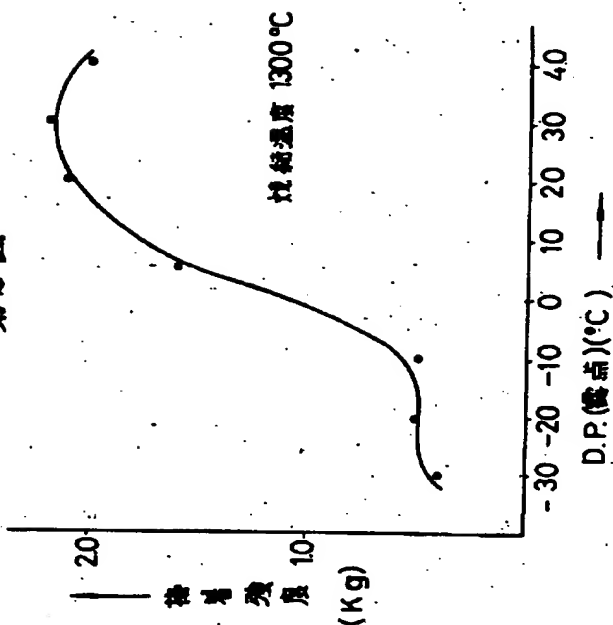
第1図は酸化アルミニウム焼結体と金属化層との接着強度を測定する方法を示す説明図であつて、aはその平面図、bはその側面図、第2図は本発明の第二実施例における水素雰囲気中の露点と接着強度との関係を示すグラフである。

1…酸化アルミニウム焼結体、2…コパール。

第1図



第2図



6. 添附書類の目録

- (1) 明 細 書 1 通
- (2) 図 面 1 通
- (3) 願 書 調 本 1 通
- (4) 責 任 状 1 通

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

(2) 代 理 人

所 東京都千代田区豊が岡3丁目2番4号  
郵便番号 100  
豊山ビルディング7階 電話 (581) 2241番 (代表)

(7205) 氏 名 弁 理 士 杉 村 興

